



Search statement 1

?fam j48001500/pn

1 Patent Groups

** SS 1: Results 1

Search statement 2

?prt full

1/1 WPAT - (C) Thomson Derwent

AN - 1974-06220V [04]

TI - Fire-resistant polyvinyl alcohol fibres - by treatment with halogen in organic medium

DC - A14 A35 F01

PA - (NIRA) UNITIKA CO LTD

NP - 1

NC - 1

PN - JP48001500 A 19730602 DW1974-04 *

PR - 1971JP-0038464 19710602

AB - JP48001500 A

Fire-resistant polyvinyl alc. (I) or vinyl alc-ethylene copolymer fibres are prepd. by treating the fibres with chlorine or bromine in methanol, benzene or ether. In an example, a I fibre heated for 15-60 mins. at 200 degrees C under N2 was immersed in MeOH, and treated with Cl2 gas to give a self-extinguishing fibre.

MC - CPI: A04-G08 A09-A01 A10-E04 A10-E09B A12-S05M F01-D08 F03-C03.

UP - 1974-04



特許庁
1434
1434



特 許 公 報

昭和46年1月2日

特許庁長官 佐々木 孝 殿

②特願昭 46-38464 ①特開昭 48-1500

④公開昭48(1973)1.10 (全3頁)

審査請求 無

⑬日本国特許庁

公開特許公報

1. 発明の名称

ポリビニルアルコール系合成繊維の難燃化方法

2. 発明者

住 所 兵庫県神戸市東灘区329番地
氏 名 藤 見 正 雄 (ほか2名)

3. 特許出願人

住 所 兵庫県神戸市東灘区1丁目30番地
名 称 (株) ユニチカ株式会社
代表取締役 富 井 一 雄

4. 代理人

住 所 東京都中央区八重洲3丁目8番地
ユニチカ株式会社 東京本社内
氏 名 (6267) 弁護士 児 玉 雄 三

庁内整理番号

7206 47

⑤日本分類

48 D8

明 細 書

1. 発明の名称

ポリビニルアルコール系合成繊維の難燃化方法

2. 特許請求の範囲

1. ポリビニルアルコール系合成繊維を空気下および/または不活性気体下で加熱処理し、ついで塩素、臭素の溶液で処理して該繊維に塩素含有量が25重量%以上または臭素含有量が15重量%以上付加反応させることを特徴とするポリビニルアルコール系合成繊維の難燃化方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はポリビニルアルコール(以下PVAと略称する)系合成繊維の効果的な難燃化方法に関する。

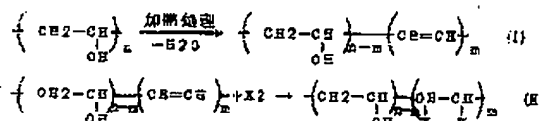
従来PVA系合成繊維に難燃性を付与する方法として、難燃性物質を繊維材料に物理的に固着または混和する方法あるいは難燃性物質を繊維材料に化学的に反応させる方法などが研究されてきたが、前者の方法によると一般に耐久性が乏しく、この耐久性を向上させるために従来前に難燃性物

質を混和するのは混和困難、紡績不安定などの問題がある。一方後者の方法による場合は、従来からよく知られるセルローズ系繊維と反応させて難燃性を付与する物質、たとえば、トリブジイニルホウリン酸、イソキサライド、テトラキスヒドロキシメチルセニウムクロライド、テトラキスヒドロキシメチルセニウムクロライドなどを使用するが、PVA系合成繊維の場合、反応性はセルローズ系繊維に比して劣るため、難燃性の優れたものを得ることは困難であつた。

本発明者らは、上記欠点を改良したPVA系合成繊維の難燃化に関して種々検討した結果、PVA系合成繊維を予め空気下および/または不活性気体下で加熱処理して、該繊維中に炭素-炭素不飽和結合を導入し、ついで塩素、臭素のハロゲン溶液で処理して該不飽和結合部に塩素および/または臭素を付加反応せしめることにより、PVA系合成繊維は自己消滅性を有するすぐれた難燃性繊維を得ることから本発明を完成したのである。

本発明方法によりPVA系繊維の構造は如図に

理により下記(1)式のごとく炭素-炭素不飽和結合を導入し、ついでハロゲンを付加させることにより図式のごとくハロゲン化されているものと考えられる。(1)式の加熱処理は空気下でもよいが、できるだけ酸化反応を抑え、脱水反応を優先させるため、不活性気流下で行う方が望ましいことはいうまでもない。



本発明で用いるPVA系合成繊維はPVA系処理繊維またはPVA系エステル化繊維あるいは炭素系共重合PVA系エステル化繊維のいずれでも適用可能である。

本発明のPVA系合成繊維に不飽和結合を導入する加熱処理は空気中あるいは不活性気体中、たとえば塩素ガス気流中でPVA系合成繊維が酸化しない通常約240℃より低い温度、好ましくは220℃～150℃で数十分～数時間加熱するの

-3-

本発明のハロゲンを付加反応させるハロゲン溶液として、ハロゲン水溶液で処理することも可能であるが、ハロゲン水溶液の場合は処理温度が高くなると繊維が収縮することがある。

上記のごとく本発明の方法はきわめて簡単にして、かつ繊維性の優秀な繊維を得ることが可能であり、本発明の方法で得られた繊維は衣料用、インテリア用あるいは工業材料等として有用である。

次に実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

実施例1

常法により紡糸されたPVA系処理繊維を用い塩素ガス気流中において、200℃で処理時間を15分～60分間変化させて加熱処理を行なった。このようにして得られた不飽和結合を導入した繊維を常温下のメタノール中に浸漬し、塩素ガスを60分間吹込む塩素を付加し、水洗、乾燥した。また、メタノールに炭素を10分間溶解した溶液に前記加熱処理繊維を60分間浸漬し炭素を付加し、水

特開 昭48-1560(2)

である。この加熱処理によりPVA系合成繊維の赤外吸収スペクトルの1660 cm^{-1} に炭素-炭素の二重結合にもとづく吸収が認められ、不飽和結合が導入されているのである。

本発明は、ついで該不飽和結合にハロゲンを付加するのであり、このハロゲンの付加反応は、塩素の場合は該加熱処理繊維を前記付近でアルコール、ベンゼン、クロロホルム、四塩化炭素等に浸漬し、これに塩素ガスを吹込むことにより、炭素の場合は通常-20℃～40℃でアルコール、エーテル、クロロホルム、四塩化炭素等の溶液中に炭素を溶解した溶液中に数分～数十分間浸漬することにより、あるいはこれら混合溶液で処理すること等により進められるのであり、繊維に対するハロゲンの付加反応量が塩素の場合25重量%以上炭素の場合15重量%以上において自己消炎症のある優秀な難燃性繊維となるのである。このハロゲン付加反応において炭素は過激な反応性ならびに収縮が困難なために、また炭素は反応性に乏しいために好ましくない。

-4-

洗、乾燥した。得られた繊維中の炭素および炭素含有量と繊維の耐炎性を第1表に示す。

第1表

ハロゲン	加熱処理時間 (分)	ハロゲン含有量 (重量%)	耐炎性 (ヤツチテスト)
塩素	15	5.1	難燃し、自己消炎症なし
	20	16.2	難燃し、自己消炎症少し
	30	25.7	難燃せず、自己消炎症あり
	45	30.5	"
	60	35.8	"
炭素	15	5.7	難燃し、自己消炎症少し
	20	15.3	難燃せず、自己消炎症あり
	30	24.1	"
	45	28.8	"
	60	35.7	"
未処理	-	-	難燃し、自己消炎症なし

上表から明らかなように、塩素および炭素の付加反応量の増大に伴い難燃性が付与され、塩素の含有量が25重量%以上、炭素は15重量%以上にてその目的は達せられるのである。

実施例2

常法により得られたホルムール化度24セル第

-5-

-566-

-6-

特開 昭48-1500(3)

のフエタル化試験を、空気中において、90℃で60分間加熱処理した後室温のベンゼン中に浸漬し、塩素ガスを80分間吹込み、水洗、乾燥した。得られた試験体の塩素含有量は30.2重量%で優れた難燃性を示した。

実施例3

エチレン含有25重量%のエチレン-ビニルアルコール共重合体を溶融紡糸して得られた熱処理試験体を塩素気流下80℃で30分間加熱処理した後、臭素を10%溶解した20℃のエーテル溶液中に30分間浸漬し、水洗、乾燥した。得られた試験体の臭素含有量は17重量%でマッチテストで完全に自己消滅性を示した。

特許出願人 ユニチカ株式会社

代理人 堀 正 雄



5. 添付書類の目録

- (1) 明 細 書 1 通
(2) 発 任 状 1 通

6. 前記以外の発明者

1. 発 明 者

住 所 アコレヤツル
兵庫県赤穂市坂越529
氏 名 川 畑 和 隆
住 所 兵庫県赤穂市坂越1722の1
氏 名 川 口 秀 治